

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-172299

(43)Date of publication of application : 29.06.1999

(51)Int.Cl.

C11D 17/06  
B01D 1/18  
B01D 1/22  
B01J 2/10  
C11D 11/00  
C11D 11/02  
// C11D 10/02  
C11D 10/04

(21)Application number : 09-352179

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 06.12.1997

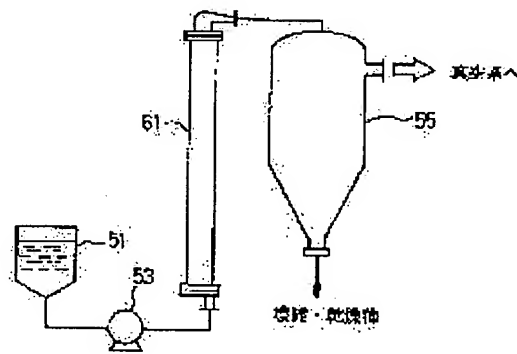
(72)Inventor : INOTSUKA TAKASHI  
ISHIKAWA TSUTOMU  
WATABIKI EMIKO  
KATO DAISUKE

(54) PROCESS FOR CONCENTRATING AND DRYING HIGH-CONCENTRATION SURFACTANT SLURRY AND PRODUCTION OF HIGH-BULK-DENSITY PARTICULATE DETERGENT THEREBY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a concentrated and dried surfactant free from discoloration due to thermal deterioration from a high-concentration surfactant slurry by using a compact low-cost apparatus.

SOLUTION: A slurry containing a high concentration of a surfactant is continuously fed into a double-pipe type heater 61 of a type in which a film of the slurry is formed on the heating wall, while it is being heated, introduced into a flash evaporator 55, and flash-evaporated to remove the water from the slurry to obtain a concentrated and dried high-concentration surfactant slurry. This slurry and other detergent components are subjected to granulation or powder mixing to form detergent particles. Thus, a high-bulk-density particulate detergent can be produced.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-172299

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月29日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 1 1 D 17/06

C 1 1 D 17/06

B 0 1 D 1/18

B 0 1 D 1/18

1/22

1/22

Z

B 0 1 J 2/10

B 0 1 J 2/10

Z

C 1 1 D 11/00

C 1 1 D 11/00

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-352179

(22) 出願日

平成9年(1997)12月6日

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 猪塚 隆

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 石川 努

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 綿引 恵美子

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 白村 文男

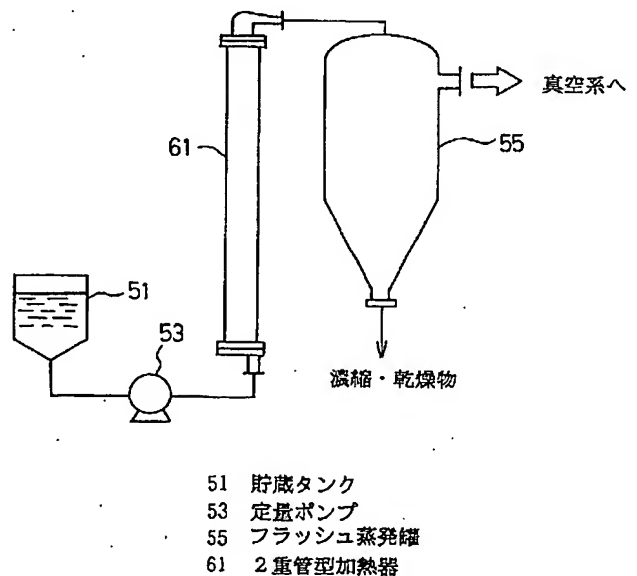
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥方法およびそれを用いた高嵩密度粒状洗剤の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 コンパクト化された低コストの装置で、熱劣化による変色のない界面活性剤濃縮・乾燥物を、高濃度界面活性剤スラリーから製造する。この界面活性剤濃縮・乾燥物を原料として用いることにより、全体としてコンパクト化された低コストの設備で、色調に優れた高嵩密度粒状洗剤を製造する。

【解決手段】 高濃度に界面活性剤を含有するスラリーを、加熱壁面にスラリーの薄膜を形成して加熱処理する形式の加熱器に連続的に供給して加熱した後、フラッシュ蒸発罐に導入してフラッシュ蒸発させスラリー中の水分を除去し、高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を得る高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥方法。この高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を、他の洗剤成分と共に造粒または粉体混合して洗剤粒子として高嵩密度粒状洗剤を製造する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高濃度に界面活性剤を含有するスラリーを、加熱壁面にスラリーの薄膜を形成して加熱処理する形式の加熱器に連続的に供給して加熱した後、フラッシュ蒸発罐に導入してフラッシュ蒸発させスラリー中の水分を除去し、高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を得ることを特徴とする高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥方法。

【請求項 2】 請求項 1 で得られた高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を、他の洗剤成分と共に造粒または粉体混合して洗剤粒子とすることを特徴とする高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高濃度界面活性剤スラリーを、界面活性剤の熱劣化を防止しつつ、効率的に濃縮・乾燥する方法、およびこの方法で得られた濃縮乾燥物を用い高嵩密度粒状洗剤を製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】衣料用の粒状洗剤のような固体状の界面活性剤組成物は、高濃度の界面活性剤スラリーを出発原料として、水分を除去することにより製造される。代表的な造粒方法（水分除去方法）として粉霧乾燥法があるが、この方法は大型設備（噴霧乾燥塔）が必要であり、また、エネルギー負荷も大きい。さらに、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩などの界面活性剤を含む高濃度スラリーは、熱交換器の管内で乱流にならないので伝熱効率が低く、局所加熱による熱劣化の問題がある。そこで、噴霧乾燥法以外の手法により高濃度界面活性剤スラリーを濃縮・乾燥する方法、あるいはこのスラリーから洗剤粒子を製造する方法が提案されている。

【0003】例えば、特開平 8-157894 号公報には、アニオン界面活性剤の高濃度スラリーを濃縮装置を用いて水分含量 10% 以下の濃縮塊状物とした後に、冷却し、硫酸カリウム等を加えてペレット化して粉体化して界面活性剤粉体を製造することが記載されている。しかしながら、濃縮方法としてはフラッシュ蒸発を採用していることが単に例示されているだけであり、実施例においても採用されていない。さらに特に、フラッシュ蒸発の前処理として、スラリーを薄膜状にして加熱処理する点については記載されておらず、仮りに本公報発明でフラッシュ蒸発を採用したとしても、蒸発効率の改善が十分でなく、得られる濃縮塊状物の変色を十分に防止できない。

【0004】特開平 7-150199 号公報には、加熱された洗剤ペーストを配管内でのフラッシュ蒸発により洗剤ペーストとして回収する方法が記載されている。しかしスラリーの加熱は通常の配管内で行っており、スラリーを薄膜状にして加熱処理する点については記載さ

れておらず、装置の大型化、複雑化を招き、得られる洗剤ペーストの変色の問題も生じる。特開平 8-170093 号公報、特開平 2-222498 号公報には、薄膜蒸発機を用いて高濃度界面活性剤スラリーを濃縮・乾燥する方法が記載されている。しかし、薄膜蒸発機は装置コストが高く、装置規模が大きくなる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、コンパクト化された低コストの装置で、熱劣化による変色のない界面活性剤濃縮・乾燥物を、高濃度界面活性剤スラリーから製造することを目的とする。本発明は、また、上記で製造された界面活性剤濃縮・乾燥物を用いて高嵩密度粒状洗剤を製造することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥方法は、高濃度に界面活性剤を含有するスラリーを、加熱壁面にスラリーの薄膜を形成して加熱処理する形式の加熱器に連続的に供給して加熱した後、フラッシュ罐に導入してフラッシュ蒸発させスラリー中の水分を除去し、高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を得ることを特徴とする。本発明の高嵩密度粒状洗剤の製造方法は、上記製造方法で得られた高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を、他の洗剤成分とともに造粒または粉体混合して洗剤粒子とすることを特徴とする。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明では、高濃度に界面活性剤を含有するスラリーを出発原料とし、この高濃度界面活性剤スラリーを①前段の薄膜式加熱器による加熱処理工程、②フラッシュ蒸発処理工程を経て、高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥物を製造する。高濃度界面活性剤スラリーは、活性剤濃度が 40 重量%以上であることが好適であり、好ましくは 50 重量%以上である。活性剤濃度が低すぎると、スラリー粘度が低下し、前段の加熱処理工程で薄膜にして処理し伝熱効率を上げる必要が無くなる。

【0008】高濃度界面活性剤スラリーにおける界面活性剤は、その種類は特に問わないが、アニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、これらの混合物が代表的である。アニオン界面活性剤としては、硫酸塩、スルホン酸塩、カルボン酸塩、リン酸塩等があり、硫酸塩としては以下のものが例示される。

(1) 平均炭素数 10~18 のアルキル基またはアルケニル基を有する高級アルコール硫酸塩。

(2) 飽和または不飽和のアルコール残基の平均炭素数が 10~18 で 1 分子内に平均 0.5~8 モルのエチレンオキシドを付加した高級アルコールエトキシレート硫酸塩。

【0009】スルホン酸塩としては、以下のものが例示できる。

(1) 飽和または不飽和の脂肪酸残基の平均炭素数が10～20、エステルアルキル基の炭素数が1～5の $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩。

(2) 平均炭素数10～18のアルキル基またはアルケニル基を有する直鎖または分岐鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩。

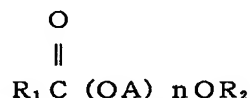
(3) 平均炭素数10～18の $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩。

【0010】カルボン酸塩としては、平均炭素数10～18の飽和または不飽和の脂肪酸塩が例示できる。これらのアニオン界面活性剤の中でも熱に対して脆弱なもの、あるいは前述の通り噴霧乾燥法で熱劣化を起こしやすい界面活性剤、例えば $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩などに対する本発明の適用は特に有効である。ノニオン界面活性剤としては、以下のものが例示される。

(1) 以下の化1で示される脂肪酸ポリオキシアルキレンアルキルエーテル。

【0011】

【化1】



(R<sub>1</sub> CO: 炭素数6～20の飽和または不飽和の脂肪酸残基

OA: 炭素数2～4のオキシアルキレン基あるいはそれらが混合したオキシアレキレン基

n: オキシアルキレンの平均付加モル数を示し3～30であり、混合付加の場合の付加形式ではランダム付加でもブロック付加でもよい

R<sub>2</sub>: 炭素数1～5の低級アルキル基)

【0012】(2) 飽和または不飽和の直鎖または分岐鎖のアルコールの炭素鎖長8～18、オキシエチレンの平均付加モル数3～30のポリオキシエチレンアルキルエーテル。

(3) 飽和または不飽和の直鎖または分岐鎖のアルコールの炭素鎖長8～18、オキシエチレンの平均付加モル数3～30、オキシプロピレンの平均付加モル数2～30のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル。

【0013】高濃度界面活性剤スラリーは、メチル硫酸ナトリウム、メタノール、硫酸ナトリウム等の界面活性剤製造時の副生物、脂肪酸エステル等の未反応原料や、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、亜硫酸ナトリウム等の無機塩、ポリアクリル酸ナトリウム、ゼオライト等のビルダー、蛍光剤等の洗剤添加物などを含有することでもできる。高濃度界面活性剤スラリーの水分量は20～50重量%が好適であり、好ましくは20～40重量%である。高濃度界面活性剤スラリーは、フラッシュ蒸発処理に先立って、薄膜式の加熱器に連続的に供給されて加熱処理される。薄膜式加熱器は伝熱効率が良好で速やかに

加熱処理することができ、フラッシュ蒸発時の蒸発効率が改善され、濃縮・乾燥設備のコンパクト化、設備費の低減が可能となる。また、薄膜式加熱器は伝熱効率が良好であり必要な加熱処理時間、すなわち滞留時間を短くすることができ、界面活性剤の熱劣化による変色を防止できる。このよう薄膜式加熱器による加熱処理とフラッシュ蒸発との組合せにより、コンパクトな設備により、高濃度界面活性剤スラリーの濃縮・乾燥が可能となる。

【0014】薄膜式加熱器は、加熱壁面にスラリーを薄膜状に形成して供給するタイプの加熱器であり、小間隔を置いて離間する2つの壁面間にスラリーを供給して薄膜を形成するタイプが望ましい。壁面間の間隔、すなわち形成されるスラリー薄膜の厚さは5mm以下が好適であり、好ましくは3mm以下、さらに好ましくは2mm以下である。スラリー薄膜の厚さが厚くなりすぎると、伝熱効果が低下し、本発明の作用効果が十分に発揮されなくなる。離間して並設される2つの壁面のいずれか一方のみを加熱壁面とすることもできるが、両壁面を加熱壁面とすることが望ましい。加熱壁面のジャケット温度は、80～300℃が好適であり、好ましくは100～200℃である。

【0015】薄膜式加熱器入口からフラッシュ蒸発罐までのスラリー滞留時間は、10分以内が好適である。薄膜式加熱器により、短い滞留時間で所定温度までスラリーを加熱することにより、濃縮・乾燥時における界面活性剤の変色を防止できる。この加熱処理においては、スラリーを薄膜式加熱器によりフラッシュ蒸発罐内の圧力における沸点から加熱壁面のジャケット温度の範囲で加熱するのが好適であり、好ましくは50～150℃まで加熱する(加熱器出口温度)。薄膜式加熱器としては種々のものを使用できるが、例えば以下の(1)～

(3)を例示できる。

【0016】(1) 2重管の間隙に原料スラリーを供給してスラリー薄膜を形成して搬送し、管の両壁を加熱して原料スラリーを連続的に加熱処理する2重管両面ジャケット型加熱器。このタイプの加熱器の一例として、株式会社佐久間製作所製の加熱器SFC-500を図1に示す。図1(A)は模式図、図1(B)は(A)の線B-Bに沿った断面図である。スチームジャケット11(外筒)とスチームコア13(内筒)とで2重管ジャケットが構成される。原料スラリーはスラリー通過域15(加熱ゾーン)に供給され薄膜を形成し、両壁面で加熱されつつ上昇し、加熱スラリーとして排出される。原料スラリーが薄膜状態で、スチームジャケット11、スチームコア13の両加熱壁面から高い伝熱効率で加熱される。

【0017】(2) 外筒と内筒との間にスラリーを供給してスラリー薄膜を形成して搬送するとともに、外筒および内筒を加熱し、かつ内筒を回転して原料スラリーを

攪拌しつつ連続的に加熱処理する加熱シリンダー型加熱器、このタイプの一例として、株式会社佐久間製作所製のサクマ式超薄膜攪拌型加熱器 SFC-300 を図 2 に示す。図 2 (A) は切欠き斜視図、図 2 (B) は断面図である。外筒 21 (スチームジャケット) と内筒 23 との間隙 (スラリー通過域 25) に原料スラリーが供給される。内筒 23 はスチームを供給されるとともに回転する。原料スラリーは、薄膜を形成して外筒 21 と内筒 23 の両面で加熱されるとともに、攪拌、搬送されて加熱スラリーとして排出される。内筒 23 の回転周速は  $0.4\text{ mm/s}$  以上が好適であり、好ましくは  $0.8\text{ m/s}$  以上である。薄膜状態でスラリーが、外筒 21 および内筒 23 の両面から高い伝熱効率で加熱される。

【0018】(3) 外筒と内筒との間にスラリーを供給し、薄膜を形成して搬送するとともに外筒および内筒を加熱して原料スラリーを連続加熱処理し、かつ、掻取りブレードによりスラリー薄膜を攪拌、掻取る掻取式加熱器。このタイプの一例として、株式会社佐久間製作所製の掻取式加熱器 SFC-700 を図 3 に示す。外側スチームジャケット 31 (外筒) と内側スチームジャケット 33 (内筒) との間隙 (スラリー通過域 35) に原料スラリーが供給されてスラリー薄膜を形成し、搬送される。この際、回転軸 39 により回転されるスクレパーブレード 37 (掻取り翼) によりスラリー薄膜が攪拌、掻取られる。スラリーは、外側および内側ジャケット 31、33 の両面ならびにスクレパーブレード 37 により高い伝熱効率で加熱される。また、壁面にスラリーが付着することを防止できる。

【0019】薄膜式加熱器で加熱された加熱スラリーは、ついでフラッシュ蒸発罐に導入されてフラッシュ蒸発される。フラッシュ蒸発は、真空系により、加熱スラリーよりも減圧されたフラッシュ蒸発罐内に加熱スラリーを噴射することにより、固形分 (界面活性剤) と水分とを分離するものであり、濃縮・乾燥された界面活性剤が回収される。フラッシュ蒸発では、液体が温度・圧力の高い雰囲気から、圧力の低い減圧されたフラッシュ蒸発罐内に導入されると、その圧力における飽和温度まで液温が下がり、瞬間的に蒸発が起こる。薄膜式加熱器で加熱された加熱スラリーを減圧下でフラッシュ蒸発すると、蒸発効率が向上し、得られた界面活性剤の濃縮・乾燥物の温度が上昇せず熱劣化しにくい。フラッシュ蒸発罐の真空度は  $1\sim 30\text{ kPa}$  程度が好適である。フラッシュ蒸発により得られる界面活性剤濃縮・乾燥品は、水分量を 15 重量%以下とするようにフラッシュ蒸発することが好適であり、好ましくは 10 重量%以下とする。これはフラッシュ蒸発罐の真空度、加熱器のジャケット温度、流量、回転数を調整することにより制御できる。

【0020】図 4～図 6 は、本発明の濃縮・乾燥法の一例を示す模式図である。図 4 は、前述 (1) の 2 重管型加熱器を用いた濃縮・乾燥法の一例を示す。貯蔵タンク

51 から原料高濃度界面活性剤原料スラリーを、定量ポンプ 53 により 2 重管型加熱器 61 に供給して加熱し、この薄膜型加熱器で加熱された加熱スラリーを、減圧されたフラッシュ蒸発罐 55 でフラッシュ蒸発し、水分が除去された界面活性剤の濃縮・乾燥物を回収する。図 5 は、前述 (2) の内筒加熱シリンダー型加熱器を用いた濃縮・乾燥法の一例を示す。貯蔵タンク 51 から原料高濃度界面活性剤原料スラリーを、定量ポンプ 53 により内筒加熱シリンダー型加熱器 63 に供給して加熱し、この薄膜型加熱器で加熱された加熱スラリーを、減圧されたフラッシュ蒸発罐 55 でフラッシュ蒸発し、水分が除去された界面活性剤の濃縮・乾燥物を回収する。なお、内筒加熱シリンダー型加熱器 63 は、図 5 では堅型で設置されているが、横型で設置することもできる。図 6 は、前述 (3) の掻取式加熱器を用いた濃縮・乾燥法の一例を示す。貯蔵タンク 51 から原料高濃度界面活性剤原料スラリーを、定量ポンプ 53 により掻取式加熱器 65 に供給して加熱し、この薄膜型加熱器で加熱された加熱スラリーを、減圧されたフラッシュ蒸発罐 55 でフラッシュ蒸発し、水分が除去された界面活性剤の濃縮・乾燥物を回収する。

【0021】得られた界面活性剤濃縮・乾燥物は、そのまま、あるいは必要に応じて粉碎して界面活性剤含有粉粒体とすることができ、この粉粒体は洗剤原料等の種々の用途に用いることができる。また、そのまま衣料用等の高嵩密度粒状洗剤とすることもできる。粉碎・造粒は、ドラムフレーカー (楠木機械製作所製) 等で冷却し、フレークにした後、助剤としてゼオライト、炭酸ナトリウム等を添加して粉碎することにより行うことができる。また、本発明で得られた界面活性剤濃縮・乾燥物と他の洗剤成分とを造粒して洗剤粒子とすることにより高嵩密度粒状洗剤を製造することができる。この高嵩密度粒状洗剤の製造方法も、使用する洗剤原料の一部が前述のようにコンパクト・低コストの設備より提供されるので、洗剤製造設備全体としてコンパクト化・低コスト化が可能となる。また、原料の一部として使用する界面活性剤濃縮・乾燥物の変色が防止されているので、色調に優れた高嵩密度粒状洗剤が得られる。

【0022】他の洗剤成分としては、従来の洗剤成分を利用でき、例えば、アニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤等の界面活性剤、炭酸塩、珪酸塩等のアルカリビルダー、アルミノ珪酸塩、リン酸塩、ポリアクリル酸塩等の金属イオン捕捉ビルダー、硫酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウム等の無機ビルダー、ポリエチレングリコール等の汚染防止剤、蛍光増白剤、酵素、香料、色素などを挙げることができる。これら他の成分は、噴霧乾燥粒子、攪拌造粒粒子等の造粒物、あるいは単体などとして高嵩密度粒状洗剤の製造に供される。

【0023】本発明の界面活性剤濃縮・乾燥物と他の洗

剤成分との造粒により高嵩密度粒状洗剤を製造する方法としては、以下の方法が例示できる。

(1) 界面活性剤濃縮・乾燥物を他の洗剤成分と共に捏和し解砕して洗剤粒子とする（捏和・解砕造粒法：圧密造粒法）。

(2) 界面活性剤濃縮・乾燥物を他の成分と共に撈拌造粒する（撈拌造粒法：圧密造粒法）。濃縮・乾燥物は、直接他の成分と共に造粒してもよく、また、濃縮・乾燥物を粉粒化後、他の成分と共に造粒してもよい。

(3) 界面活性剤濃縮・乾燥物を造粒し、他の洗剤成分と粉体混合する（造粒・粉体混合法）。

【0024】捏和装置としては、連続式ニーダー（KRCニーダー：栗本鉄工所社製）、バッチ式ニーダー（縦型ニーダー：DALTON社製）等が挙げられ、粉碎機としてはフィッツミル（ホソカワミクロン社製）、スピードミル（岡田精工社製）等が挙げられ、粉体化品の場合と同様に粉碎の際に粉碎助剤を用いることでより効率的に粉碎できる。この助剤の種類としては平均粒径20 $\mu$ m以下の無機粒子が好ましく、ゼオライト、炭酸ナトリウム、ホワイトカーボン等の微粒子シリカなどが用いられ、助剤量としては濃縮品100重量部に対して1～20重量部が好ましく、2～10重量部がより好ましい。撈拌造粒機としては、レーディゲミキサー（マツボ一社製）、シュギミキサー（パウレック社製）、ハイスピードミキサー（深江工業社製）等が挙げられる。

【0025】また、粉体混合により粒状洗剤組成物を製造する場合は、噴霧乾燥粒子を圧密化後に粉碎し高嵩密度洗剤成分粒子とした後に、本発明の界面活性剤粉体と粉体混合することが望ましい。造粒後の粒状洗剤組成物に対して、流動性改良剤として粒径10 $\mu$ m以下の微粉体ゼオライト等の無機化合物を添加することも可能である。さらに、洗浄性向上剤であるキレートビルダー、酵

素等を粉体ブレンドすることも可能である。ここで用いるキレートビルダーとしては、粉体ゼオライト、層状シリケート、マレイン酸-アクリル酸ナトリウムの共重合体、 $\beta$ -アラニンジ酢酸ナトリウム等が挙げられる。また、発塵抑制のために非イオン界面活性剤またはその水溶液等の噴霧や、賦香のための香料の噴霧等の処理を行うことも可能である。得られる高嵩密度粒状洗剤は、平均粒径が200～1500 $\mu$ m、嵩密度が0.4～1.2g/ccとなるように造粒することが好ましい。

【0026】

【発明の効果】本発明によれば、コンパクト化された低コストの装置で、熱劣化による変色のない界面活性剤濃縮・乾燥物を、高濃度界面活性剤スラリーから製造することができる。また、この界面活性剤濃縮・乾燥物を原料として用いることにより、全体としてコンパクト化された低コストの設備で、色調に優れた高嵩密度粒状洗剤を製造することができる。

【0027】

【実施例】実施例1～8・比較例1（界面活性剤濃縮・乾燥物の製造）

表1に示す組成の高濃度界面活性剤スラリーを、表2に示す加熱器の種類、濃縮条件に従って、加熱器による加熱およびフラッシュ蒸発を行った。得られた濃縮・乾燥物の性状・評価結果（b値）を表2に示す実施例1～8においては、同じ水分4%まで濃縮する際に比較例の5～9倍の濃縮・乾燥能力が得られた。また、製造された界面活性剤濃縮・乾燥物のb値は、本発明の実施例品が低く、熱劣化が少なく色調に優れていることが判る。なお、b値は値が1以上となると目視で色調の差が十分に認識できる。

【0028】

【表1】

表1：高濃度界面活性剤スラリーの組成

	実 施 例								比較例
	1	2	3	4	5	6	7	8	1
スラリー組成									
$\alpha$ -SF*1-Na	45.6	45.6	45.6	60	30	12	—	50	45.6
AS*2-Na	—	—	—	—	30	—	62	—	—
LAS-K*3	—	—	—	—	—	10	—	—	—
石鹼	22.8	22.8	22.8	—	—	6	—	—	22.8
ノニオン*4	—	—	—	—	—	—	—	10	—
ポリアクリル酸Na	0.2	0.2	0.2	—	—	—	—	—	0.2
ゼオライト	—	—	—	—	—	14	—	—	—
炭酸カリウム	—	—	—	—	—	8	—	—	—
亜硫酸ナトリウム	—	—	—	—	—	2	—	—	—
チノパールCBS*5	—	—	—	—	—	0.5	—	—	—
炭酸ナトリウム	—	—	—	—	—	18	—	—	—
その他成分*6	4.6	4.6	4.6	6	4	2.5	3	5	4.6
水分	26.8	26.8	26.8	34	36	37	35	34	26.8

\* 1) 脂肪酸残基の炭素数が14～16の $\alpha$ -スルホ脂肪酸メチルエステルナ

## トリウム塩

- \* 2) C12~18の高級アルコール硫酸ナトリウム塩
- \* 3) C13~15の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸カリウム
- \* 4) C13アルコールポリオキシレート (EOP=12)
- \* 5) チバガイギー社製の蛍光増白剤
- \* 6) メチル硫酸塩、メタノール、硫酸ナトリウム等

【0029】

【表2】

表2：濃縮条件および濃縮・乾燥物の評価結果

	実 施 例								比較例
	1	2	3	4	5	6	7	8	1
濃縮条件									
加熱管*7	b	c	d	c	c	c	c	c	a
内筒周速(m/s)	—	0.9	0.7	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	—
クリアランス*8(mm)	2	1.5	0	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	—
ジャケット温度(°C)	120	120	120	120	120	120	120	120	120
フラッシュ罐真空度(kPa)	8	8	8	8	8	8	8	8	8
濃縮品									
水分(%)	4	4	4	4	4	4	4	4	4
温度(°C)	81	81	81	80	81	81	82	80	81
蒸発能力*9(kg-H <sub>2</sub> O/m <sup>2</sup> ・h)	10	15	17	12	13	20	14	16	2
b値*10	8.8	8.7	8.5	8.6	8.6	8.6	8.6	8.6	9.8

## \* 7) 使用加熱管の種類

- a) 薄膜非形成加熱管：SVC型（佐久間製作所製：2重管タイプ）
- b) 薄膜形成加熱器：SFC-500型（佐久間製作所製：2重管タイプ）
- c) 薄膜形成加熱器：SFC-300型（佐久間製作所製：薄膜撈拌（内筒加熱シリンダー）タイプ）
- d) 薄膜形成加熱器：SFC-700型（佐久間製作所製：掻取りタイプ）

\* 8) 内筒と外筒とのクリアランス（スラリー薄膜の厚さ）但し、実施例3は掻取り翼を有しクリアランスは0mmであるが、スラリーの厚さは1.5mmである。

\* 9) 伝熱面積1m<sup>2</sup>、1時間あたりに蒸発した水分量

\* 10) 濃縮品を室温になるまで放置した後に、色差計（日本電色製）にて測定

## 【0030】実施例9：濃縮・乾燥造粒物の製造

実施例2で得られた濃縮・乾燥物をドラムフレーカー（楠木機械製作所製）を用いて、20℃まで冷却してフレーク化する。これを、界面活性剤100重量部に対して10重量部のゼオライトと共に、穴径2.5mmのスクリーンを取り付けたフィッツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-6）に供給し、15℃の冷風を通して粉碎し、下記の表3に示す性粒の濃縮・乾燥造粒物を得た。

【0031】

【表3】

表3：実施例9（濃縮・乾燥造粒物の性状）

濃縮品組成wt%	
α-SF*1-Na	59.1
石鹼	29.5

ポリアクリル酸Na	0.3
その他の成分	6.0
水分	4
冷却品温度(°C)	20
粉碎時添加物・量*2(%)	ゼオライト・10
平均粒径(μm)	600
嵩密度(g/cc)	0.5

\* 1) 脂肪酸残基の炭素数が14~16のα-スルホ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩

\* 2) 対界面活性剤パーセント

【0032】製造例1：他の洗剤成分A~Cの製造（噴霧乾燥法）

表4に示す組成のスラリーを表4の条件で噴霧乾燥法により乾燥して乾燥粒子A~Cを得た。

【0033】

【表 4】

表 4：噴霧乾燥粒子（その他の洗剤成分）

No.	A	B	C
乾燥粒子組成 (wt%)* <sup>1</sup>			
LAS-K* <sup>2</sup>	10	10	10
ゼオライト	18	16	16
炭酸カリウム	10	10	10
亜硫酸ナトリウム	2	2	2
チノパールCBS* <sup>3</sup>	0.5	0.5	0.5
炭酸ナトリウム	15	15	21
スラリー水分 (%)	40	40	40
熱風温度 (°C)	300	300	300
嵩密度 (g/cc)	0.35	0.35	0.35
水分 (%)	6	6	6

\* 1) 最終的な粒状洗剤組成全量に対する重量%で表示。

\* 2) C 13～15の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸カリウム

\* 3) チバガイギー社製の蛍光増白剤

【0034】実施例 10：高嵩密度粒状洗剤の製造（圧密造粒法：捏和解砕造粒法）

本実施例では、界面活性剤濃縮・乾燥物と噴霧乾燥粒子とから圧密造粒法（捏和・解砕法）により、本発明の高嵩密度粒状洗剤を製造した。実施例 2 で得られた本発明の濃縮・乾燥物 22.9 重量部と、乾燥粒子 A 61.4 重量部およびノニオン界面活性剤 [C 13 アルコールポリオキシレート (EOP=12)] 3 重量部を KRC ニーダー（栗本鉄工所製、S-2）中で圧密混合した。このようにして得られた塊状物を、ペレッタダブル（不二パウダル社製、EXDFJS-60）を用いて直径約 10mm、長さ約 15mm のペレットとし、さらに最終的な粒状洗剤組成 100 重量部に対して 6 重量部の純分量の炭酸ナトリウムと共に、フィッツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-3）に穴径 2mm のスクリーンを取り付け 15℃ の冷風を通して粉碎した後、粒状洗剤組成 100 重量部に対して純分として 3 重量部のゼオライトおよび酵素（プロテアーゼ）1 重量部を回転ドラム内で混合し、さらに香料 0.5 重量部と発塵防止バインダーであるノニオン界面活性剤 [C 12 アルコールポリオキシエトキシレート (EOP=20)（純分 84%）] を 1 重量部噴霧し、平均粒径 550μm、嵩密度 0.80g/cc の本発明の高嵩密度粒状洗剤を得た。この高嵩密度粒状洗剤の色調は良好であった。なお、本実施例以降で製造した高嵩密度粒状洗剤の造粒法、組成、性状は後記の表 7 にまとめて示した。

【0035】実施例 11：高嵩密度粒状洗剤の製造（圧密造粒法：捏和解砕造粒法）

本実施例では、界面活性剤濃縮・乾燥造粒物と噴霧乾燥粒子とから、圧密造粒法（捏和・解砕造粒法）により、本発明の高嵩密度粒状洗剤を製造した。実施例 9 で得ら

れた界面活性剤濃縮・乾燥造粒物 25.3 重量部と、乾燥粒子 B 59.0 重量部およびノニオン界面活性剤 [C 13 アルコールポリオキシレート (EOP=12)] 3 重量部を KRC ニーダー（栗本鉄工所製、S-2）で圧密混合した。このようにして得られた塊状物を、ペレッタダブル（不二パウダル社製、EXDFJS-60）を用いて直径約 10mm、長さ約 15mm のペレットとし、さらに最終的な粒状洗剤組成 100 重量部に対して 6 重量部の純分量の炭酸ナトリウムと共に、フィッツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-3）に穴径 2mm のスクリーンを取り付け 15℃ の冷風を通して粉碎した後、粒状洗剤組成 100 重量部に対して純分として 3 重量部のゼオライトおよび酵素（プロテアーゼ）1 重量部を回転ドラム内で混合し、さらに香料 0.5 重量部と発塵防止バインダーであるノニオン界面活性剤 [C 12 アルコールポリオキシエトキシレート (EOP=20)（純分 84%）] を 1 重量部噴霧し、平均粒径 550μm、嵩密度 0.80g/cc の本発明の高嵩密度粒状洗剤を得た。この高嵩密度粒状洗剤の色調は良好であった。

【0036】実施例 12：高嵩密度粒状洗剤の製造（攪拌造粒法）

本実施例では、界面活性剤濃縮・乾燥物と噴霧乾燥粒子とから攪拌造粒により、本発明の高嵩密度粒状洗剤を製造した。実施例 9 で得られた界面活性剤濃縮・乾燥造粒物 24.6 重量部と、乾燥粒子 C 65.4 重量部およびノニオン界面活性剤 [C 13 アルコールポリオキシレート (EOP=12)] 3 重量部を、レーディゲミキサー（マツボー社製、M-20）中で攪拌造粒した。得られた造粒品に、最終粒状洗剤組成 100 重量部に対して純分として 3 重量部のゼオライトおよび酵素（プロテアーゼ）1 重量部を回転ドラム内で混合し、さらに香料 0.5 重量部と発塵防止バインダーであるノニオン界面活性剤 [C 12 アルコールポリオキシエトキシレート (EOP=20)（純分 84%）] を 1 重量部噴霧し、平均粒径 500μm、嵩密度 0.80g/cc の本発明の高嵩密度粒状洗剤を得た。

【0037】実施例 13：高嵩密度粒状洗剤の製造（粉体混合）

本実施例では、界面活性剤濃縮・乾燥造粒物と高嵩密度粒子とを粉体混合することにより、本発明の高嵩密度粒状洗剤を製造した。表 5 に示す組成のスラリーを表 5 の条件で噴霧乾燥法により乾燥して噴霧粒子 D を得た。

【0038】

【表 5】

表 5：噴霧乾燥粒子 D

乾燥粒子組成 (wt%)* <sup>1</sup>	
LAS-K* <sup>2</sup>	10
ゼオライト	16



炭酸カリウム	10
亜硫酸ナトリウム	2
チノパールCBS*3	0.5
炭酸ナトリウム	17
スラリー水分	40
熱風温度	300
嵩密度	0.35
水分	6

\*1) 最終的な粒状洗剤組成全量に対する重量%で表示。

\*2) C13~15の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸カリウム

\*3) チバガイギー社製の蛍光増白剤

【0039】について、この乾燥粒子D100重量部に対して4重量部のノニオン界面活性剤[C13アルコールポリオキシレート(EOP=12)]3重量部を加え、KRCニードラー(栗本鉄工所社製、S-2)中で圧密混合した。このようにして得られた塊状物を、ペレッタダブル(不二パウダル社製、EXDFJS-60)を用いて直径約10mm、長さ約15mmのペレットとし、さらに最終的な粒状洗剤組成100重量部に対して4重量部の純分量の炭酸ナトリウムと共に、フィッツミル

(ホソカワミクロン社製、DKA-3)に穴径2mmのスクリーンを取り付け15℃の冷風を通して粉碎して高嵩密度粒子とした。この高嵩密度粒子68.7重量部と、実施例9で得られた界面活性剤濃縮・乾燥造粒物24.9重量部と、さらに最終的な粒状洗剤組成100重量部に対して純分として3重量部のゼオライトおよび酵素(プロテアーゼ)1重量部を回転ドラム内で混合し、さらに香料0.5重量部と発塵防止バインダーであるノニオン界面活性剤[C12アルコールポリオキシエトキシレート(EOP=20)(純分84%)]を1重量部噴霧し、平均粒径500μm、嵩密度0.75g/ccの本発明の高嵩密度粒状洗剤を得た。

【0040】実施例14：高嵩密度粒状洗剤の製造(粉体混合)

本実施例では、界面活性剤濃縮・乾燥造粒物とLAS酸粉体中和品(他の洗剤成分である高嵩密度粒子)とを粉

体混合することにより、本発明の高嵩密度粒状洗剤を製造した。表6に示す粒子組成の炭酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウム、チノパールCBSとゼオライトの8割をレディゲミキサー(マツボー社製、M-20)中に入れて混合を開始し、アルキルベンゼンスルホン酸(LAS-H)、水を滴下することによって、攪拌造粒し、7分間に残りのゼオライトを添加し、2分間造粒してLAS酸粉体中和品(他の洗剤成分：粒子E)を得た。

【0041】

【表6】

表6：粒子Eの組成・性状

粒子組成(wt%)*1	
LAS-H*2	12
ゼオライト*3	27
亜硫酸ナトリウム	3
チノパールCBS*4	0.7
炭酸ナトリウム	42.6
水	8
嵩密度(g/cc)	0.75

\*1) 粒子に対する重量%で表示

\*2) C13~C15の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸

\*3) 純分8.0%粉体

\*4) チバガイギー社製の蛍光増白剤

【0042】得られたLAS酸粉体中和品68.7重量部と実施例9の界面活性剤濃縮・乾燥造粒物24.9重量部と、さらに最終粒状洗剤組成100重量部に対して純分として3重量部のゼオライトおよび酵素(プロテアーゼ)1重量部を回転ドラム内で混合し、さらに香料0.5重量部と発塵防止バインダーであるノニオン界面活性剤[C12アルコールポリオキシエトキシレート(EOP=20)(純分84%)]を1重量部噴霧し、平均粒径500μm、嵩密度0.75g/ccの本発明の高嵩密度粒状洗剤を得た。以上の実施例10~14の製造方法、組成、性状を以下の表7にまとめて示す。

【0043】

【表7】

表7：高嵩密度粒状洗剤の製法・組成・性状

	実 施 例				
	10	11	12	13	14
造粒方法	圧密造粒	圧密造粒	攪拌造粒	粉体混合	粉体混合
組成(wt%)*1					
乾燥粒子	61.4	59.0	65.4	—	—
高嵩密度粒子	—	—	—	68.7	—
界面活性剤濃縮・乾燥物	22.9	—	—	—	—
LAS酸粉体中和品	—	—	—	—	68.7
界面活性剤濃縮・乾燥造粒物	—	25.3	24.6	24.9	24.9
ノニオン界面活性剤*2	3	3	3	—	—

高密度 (g/cc)	0.80	0.80	0.80	0.75	0.75
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	550	550	500	500	500

\* 1) 最終的な粒状洗剤組成全量に対する重量%で表示。

\* 2) C13アルコールポリオキシレート (EOP=12)

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 (A) は本発明で用いられる加熱器 (2重管型加熱器) の実施例を示す模式図であり、(B) は (A) の線B-Bに沿った断面図である。

【図2】 (A) は本発明で用いられる加熱器 (内筒加熱シリンダー型加熱器) の実施例を示す切欠き斜視図であり、(B) は断面図である。

【図3】 本発明で用いられる加熱器 (掻取式加熱器) の実施例を示す切欠き斜視図である。

【図4】 本発明の濃縮・乾燥法の一例を示す模式図である。

【図5】 本発明の濃縮・乾燥法の一例を示す模式図である。

【図6】 本発明の濃縮・乾燥法の一例を示す模式図である。

#### 【符号の説明】

11 スチームジャケット

13 スチームコア

15 スラリー通過域

21 スチームジャケット (外筒)

23 内筒

25 スラリー通過域

31 外側スチームジャケット (外筒)

33 内側スチームジャケット (内筒)

35 スラリー通過域

37 スクレーパーブレード

39 回転軸

51 貯蔵タンク

53 定量ポンプ

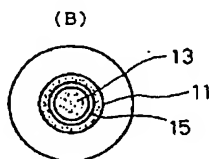
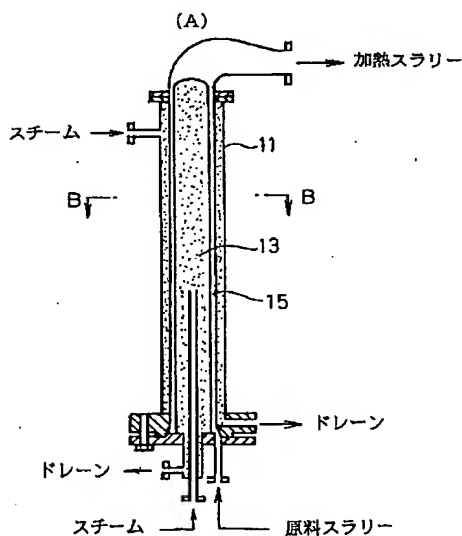
55 蒸発罐

61 2重管型加熱器

63 内筒加熱シリンダー型加熱器

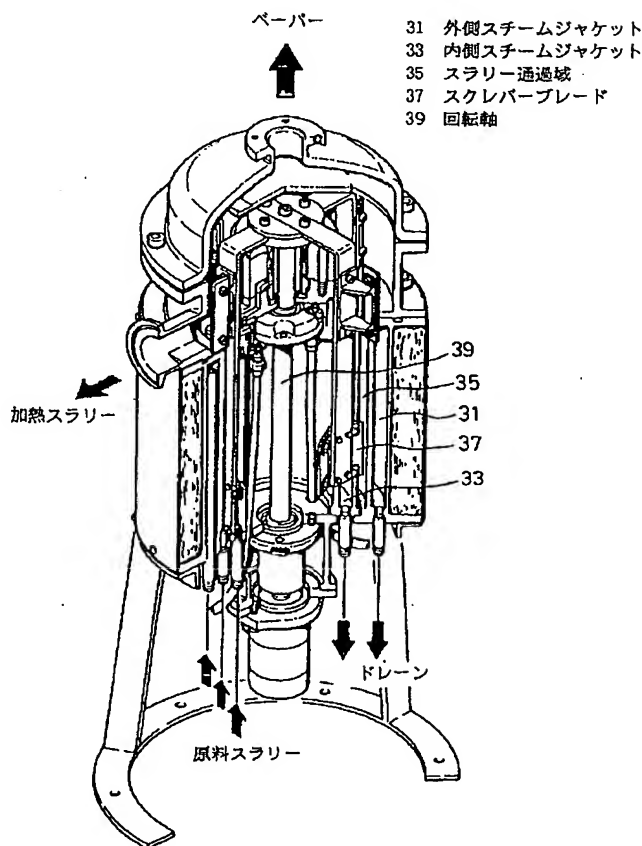
65 掻取式加熱器

【図1】

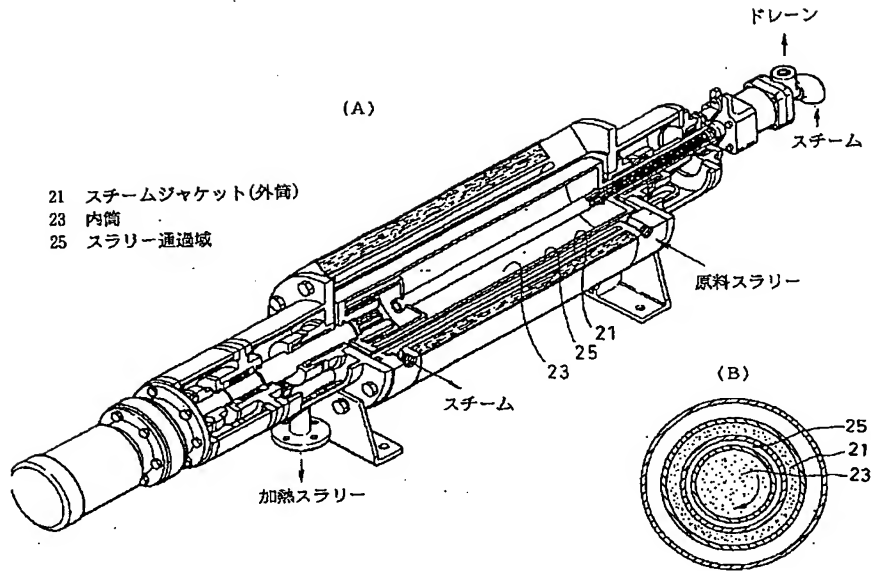


11 スチームジャケット  
13 スチームコア  
15 スラリー通過域

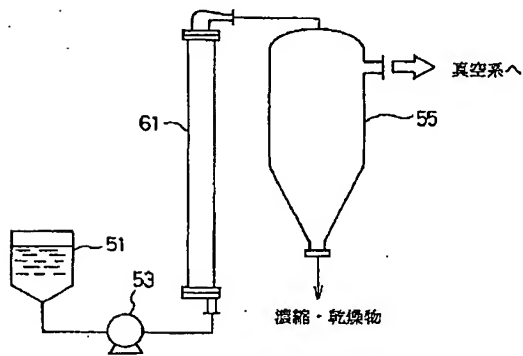
【図3】



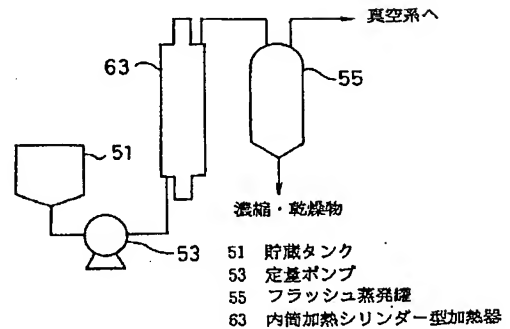
【図 2】



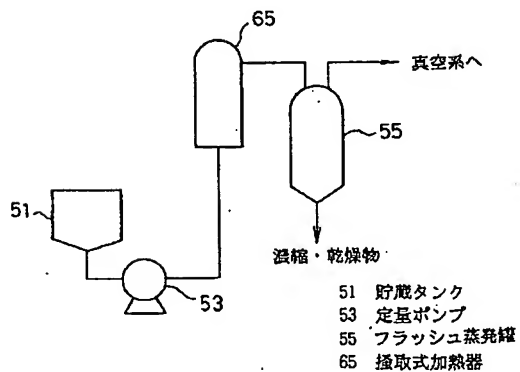
【図 4】



【図 5】



【図 6】



## フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

F I

C 1 1 D 11/02

C 1 1 D 11/02

// C 1 1 D 10/02

10/02

10/04

10/04

(72) 発明者 加藤 大介

東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオ

ン株式会社内